

- (54) CURING AGENT AND CURE ACCELERATOR FOR EPOXY RESIN
 (11) 5-194711 (A) (43) 3.8.1993 (19) JP
 (21) Appl. No. 4-223230 (22) 30.7.1992 (33) JP (31) 91p.221039 (32) 6.8.1991
 (71) KURITA WATER IND LTD (72) MINORU YAGI(3)
 (51) Int. Cl.⁸ C08G59/40, C08G59/18

JP 5-194711
 KURITA

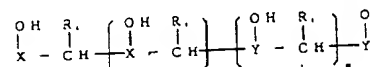
PURPOSE: To obtain the title curing agent which can greatly prolong the pot life of an epoxy resin when incorporated therein and is improved in the prevention of moisture absorption, decomposition and sublimation by enclosing a compound which reacts with epoxy groups to cure an epoxy resin in a specified compound.

CONSTITUTION: The title curing agent is formed by enclosing a compound which reacts with epoxy groups to cure an epoxy resin (e.g. ethylenediamine) in a multimolecular host compound (e.g. 1,1-bis(4-hydroxyphenyl)cyclohexane).

- (54) EPOXY RESIN COMPOSITION
 (11) 5-194713 (A) (43) 3.8.1993 (19) JP
 (21) Appl. No. 4-9426 (22) 22.1.1992
 (71) TOTO KASEI K.K. (72) YOSHIKI NAKAMURA(4)
 (51) Int. Cl.⁸ C08G59/62, C08G8/28, C08L63/00

PURPOSE: To obtain the title composition with reduced water absorption and stress by incorporating a specified co-condensation novolak resin as a curing agent component.

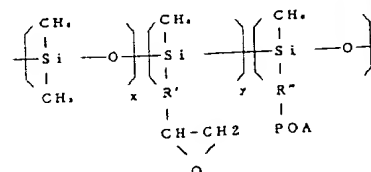
CONSTITUTION: The title composition contains as a curing agent component a co-condensation novolak resin of the formula [wherein R₁ is H or a (halogen-substituted) 1-10C hydrocarbon group, and when it is an aromatic hydrocarbon group, the hydrogen atom(s) therein may be substituted by OH and/or halogen; X is a phenol residue of an equimolar adduct of phenol with an aromatic vinyl compound; Y is a monohydric and/or dihydric phenol residue; the terminal residues may be X and X, Y and Y, or X and Y; n and m are each 0 to 9, provided that (n+m) ≤ 10; and it does not matter whether the mode of co-condensation is random or block].



- (54) PRODUCTION OF EPOXY RESIN MOLDING MATERIAL
 (11) 5-194714 (A) (43) 3.8.1993 (19) JP
 (21) Appl. No. 4-321974 (22) 1.12.1992
 (71) HITACHI CHEM CO LTD (72) KOZO HIROKAWA(3)
 (51) Int. Cl.⁸ C08G59/62, C08G59/30, C08L63/00

PURPOSE: To obtain the title material free from the occurrence of flash in molding and reduced in stress by melt compounding an epoxy resin with a specified amount of a mixed melt prepared by heat melting a phenolic resin and a specified silicone polymer.

CONSTITUTION: 100 pts.wt. phenolic resin (e.g. phenolic novolak resin) is mixed with at most 100 pts.wt. silicone polymer of the formula [wherein R' and R'' are each a divalent hydrocarbon group; POA is polyoxyalkylene; x is 100 to 150; and (y+z) ≤ 10] and the mixture is melted by heating to give a mixed melt. An epoxy resin (e.g. EOCN102, a product of Nippon kayaku Co.) is mixed with the mixed melt in an amount sufficient to provide a weight ratio of the epoxy resin to the silicone polymer of 100:(4 to 30), and the mixture is melt compounded.



WEST

End of Result Set

☐ Generate Collection

L1: Entry 1 of 1

File: DWPI

Aug 3, 1993

DERWENT-ACC-NO: 1993-278344
DERWENT-WEEK: 199335
COPYRIGHT 2000 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Epoxy! resin curatives with improved water moisture absorption, etc. - is obtd. by including, with poly-molecular host cpd., cpd. curing epoxy! resin for epoxy! adhesives

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

KURITA WATER IND LTD

KURK

PRIORITY-DATA:

1991JP-0221039

August 6, 1991

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC

JP 05194711 A

August 3, 1993

N/A

011

C08G059/40

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DESCRIPTOR

APPL-NO

APPL-NO

JP05194711A

July 30, 1992

1992JP-0223230

N/A

INT-CL (IPC): C08G 59/18; C08G 59/40

ABSTRACTED-PUB-NO: JP05194711A

BASIC-ABSTRACT:

Epoxy resin curative is obtd. by including, with polymolecular host cpd., cpd. curing epoxy resin by reacting with the epoxy gp.

Also claimed is an epoxy resin curing accelerator obtd. by including, with a polymolecular host cpd., a cpd. accelerating the curing speed of a cpd. curing an epoxy resin by reacting with the epoxy gp.

USE/ADVANTAGE - The epoxy resin curatives and the epoxy resin curing accelerators have a prolonged work life, improved workability such as improved water moisture absorption, sublimation and decomposition and more excellent guest-releasing properties than that of one included with cyclodextrin, when mixed with epoxy resin. The curatives and curing accelerators are useful for epoxy adhesives, semiconductor sealing materials, printed wiring board laminates, varnishes, powder coatings, liq. paints, casting materials, and inks.

In an example, adhesive consisting of 95 pts.wt. 'Epikote 828' (RTM) and 14.41 pts.wt. of an inclusion cpd. made up of 5 pts.wt. 2,4,6-tris (dimethylaminomethyl)phenol (DMP-30) as the guest and 9.41 pts.wt. 4,4'-sulphonylbiphenol as the host had a work life defined as the time to increase the viscosity twice the initial one of 4.4 days as compared with that of a control of an adhesive consisting of 95 pts.wt. 'Epikote 828' (RTM) and 5 pts.wt. DMP-30 of 10 min.

MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):

JP - 5-194711

(19)【発行国】
日本国特許庁 (JP)

(19)[ISSUING COUNTRY]
Japanese Patent Office (JP)

(12)【公報種別】
公開特許公報 (A)

Laid-open (kokai) patent application number (A)

(11)【公開番号】
特開平 5 - 1 9 4 7 1 1

(11)[UNEXAMINED PATENT NUMBER]
Unexamined Japanese Patent 5-194711

(43)【公開日】
平成 5 年 (1 9 9 3) 8 月 3 日

(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]
August 3rd, Heisei 5 (1993)

(54)【発明の名称】
エポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤

(54)[TITLE]
The hardener for epoxy resins, and the hardening accelerator for epoxy resins

(51)【国際特許分類第 5 版】
C08G 59/40 NHX 8416-4J
59/18 NKK
8416-4J

(51)[IPC]
C08G 59/40 NHX 8416-4J
59/18 NKK 8416-4J

【審査請求】
未請求

[EXAMINATION REQUEST]
UNREQUESTED

【請求項の数】 2

[NUMBER OF CLAIMS] Two

【全頁数】 11

[NUMBER OF PAGES] 11

(21)【出願番号】
特願平 4 - 2 2 3 2 3 0

(21)[APPLICATION NUMBER]
Japanese Patent Application No. 4-223230

(22)【出願日】
平成 4 年 (1 9 9 2) 7 月 3 0 日

(22)[DATE OF FILING]
Heisei 4 (1992) July 30th

(31)【優先権主張番号】
特願平 3 - 2 2 1 0 3 9

(31)[PRIORITY FILING NUMBER]
Japanese Patent Application No. 3-221039

(32)【優先日】
平3 (1991) 8月6日

(32)[DATE OF EARLIEST CLAIMED
PRIORITY]
Heisei 3 (1991) August 6th

(33)【優先権主張国】
日本 (JP)

(33)[COUNTRY OF EARLIEST PRIORITY]
Japan (JP)

(71)【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

【識別番号】
000001063

[ID CODE]
000001063

【氏名又は名称】
栗田工業株式会社

Kurita Water Industries Ltd. K.K.

【住所又は居所】
東京都新宿区西新宿3丁目4番
7号

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 八木 稔

Minoru Yagi

【住所又は居所】
東京都新宿区西新宿3丁目4番
7号 栗田工業株式会社内

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 岩崎 誠

Makoto Iwasaki

【住所又は居所】
東京都新宿区西新宿3丁目4番
7号 栗田工業株式会社内

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 大橋 紀夫

Norio Oohashi

【住所又は居所】

[ADDRESS]

東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番
7 号 栗田工業株式会社内

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 中根 和美

Kazumi Nakane

【住所又は居所】

[ADDRESS]

東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番
7 号 栗田工業株式会社内

(74)【代理人】

(74)[PATENT AGENT]

【弁理士】

[PATENT ATTORNEY]

【氏名又は名称】 内山 充

Mitsuru Uchiyama

(57)【要約】

(57)[SUMMARY]

【構成】

エポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる化合物を多分子系ホスト化合物で包接して成るエポキシ樹脂用硬化剤並びに、エポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる化合物の硬化速度を進める化合物を多分子系ホスト化合物で包接して成るエポキシ樹脂用硬化促進剤。

[SUMMARY OF THE INVENTION]

The hardener for epoxy resins which carries out the inclusion of the compound which it reacts with an epoxy group and hardens an epoxy resin, and forms it with a polymolecule group host compound. And, the hardening accelerator for epoxy resins which carries out the inclusion of the compound which advances the cure rate of the compound which it reacts with an epoxy group and hardens an epoxy resin, and forms it with a polymolecule group host compound.

【効果】

エポキシ樹脂に配合した場合、可使時間が大幅に延長され、また硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤の吸湿性、昇華性、分解性を改善することができるなど作業効率を向上させることができ、しかもサイクロデキストリンで包接したものに比べてゲ

[EFFECTS]

When blending with an epoxy resin, the pot life is extended sharply. Moreover water-absorbent, the sublimation and the degradable of a hardener and the hardening accelerator for epoxy resins are improvable. The operation efficiency can be improved. And compared with that, which carried out the inclusion, it excels in cyclodextrin at guest release property.

It is used suitable for an above epoxy group

スト放出性に優れており、エポ adhesive.
キシ系接着剤に好適に用いられ
る。

【特許請求の範囲】**[CLAIMS]****【請求項 1】**

エポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる化合物を多分子系ホスト化合物で包接して成るエポキシ樹脂用硬化剤。

[CLAIM 1]

The hardener for epoxy resins which carries out the inclusion of the compound which it reacts with an epoxy group and hardens an epoxy resin, and forms it with a polymolecule group host compound.

【請求項 2】

エポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる化合物の硬化速度を進める化合物を多分子系ホスト化合物で包接して成るエポキシ樹脂用硬化促進剤。

[CLAIM 2]

The hardening accelerator for epoxy resins which carries out the inclusion of the compound which advances the cure rate of the compound which it reacts with an epoxy group and hardens an epoxy resin, and forms it with a polymolecule group host compound.

【発明の詳細な説明】**[DETAILED DESCRIPTION OF INVENTION]****【0001】****[0001]****【産業上の利用分野】**

本発明は新規なエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤、さらに詳しくは、多分子系ホスト化合物で包接することにより、(1)エポキシ樹脂に混合した場合、可使時間が大幅に延長される利点及び(2)従来の硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤の吸湿性、昇華性、分解性などを改善できる特徴があり、特にエポキシ系接着剤に好適に用いられるエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤に関するものである。

[INDUSTRIAL APPLICATION]

This invention, the novel hardener for epoxy resins and the novel hardening accelerator for epoxy resins, Specifically, an inclusion is carried out with a polymolecule group host compound, (1) The advantage on which the pot life is sharply extended when mixing to an epoxy resin and (2) Water-absorbent, the sublimation, the degradable, etc. of the conventional hardener and the hardening accelerator for epoxy resins are improvable. There are the characteristics, such as above.

It is related with the hardener for the epoxy resins and the hardening accelerator for the epoxy resins which are used suitable for in particular an epoxy group adhesive.

【0002】

[0002]

【従来の技術】

従来、エポキシ樹脂は金属などとの接着性に優れ、かつその硬化物は電気絶縁性、耐薬品性、耐熱性、機械的強度などに優れていることから、各種成形品、電気絶縁材、接着剤、塗料、あるいは積層板やFRP用樹脂などの用途に、各種分野において幅広く用いられている。このエポキシ樹脂は、常温で液状又は熱可塑性の状態のものが、硬化促進剤の存在下もしくは非存在下にエポキシ樹脂用硬化剤と反応させることにより、三次元構造を有する硬化物となる。硬化した樹脂の性状は硬化剤によって大きく左右されることが知られており、これまで種々の硬化剤が工業用途に用いられている。ところで、接着剤は使用方法によって1液型と2液型とに大別することができ、前者の1液型は市販の接着剤をそのまま被着体につけて、加熱、加圧、放置するなどして接着させることのできる接着剤である。一方2液型は主剤と硬化剤もしくは硬化剤と硬化促進剤とを使用時に混合したのち、この混合物を被着体につけて、加熱、加圧、放置するなどして接着させることのできる接着剤である。エポキシ系接着剤は通常2液型であり、この2液型は作業面からみると手数がかかり非効率的であるものの、硬化物の接着強度、熱特性、電気特性などにおいて優れている面も多いため、電気

[PRIOR ART]

Conventionally, an epoxy resin is excellent in adhesive properties, with such as a metal and the curing substance is excellent in an electric insulation, chemical-resistance, heat-resistant, the mechanical strength, etc. Since it is above-mentioned, in the various field, it is broadly used for usages, such as various moulded product and electricity insulating material, an adhesive, a coating material, or a laminated sheet, the resin for FRP, etc.

This epoxy resin, What of a state is liquid in normal temperature or thermoplastic makes the curing substance which has three-dimensional structure, by making existence of a hardening accelerator or the nonexistence react with the hardener for epoxy resins.

It is known that the characteristic of the hardened resin will be greatly influenced by the hardener.

The various hardener is used for the industrial usage until now.

By the way, an adhesive can be divided roughly into 1 liquid type and a two-liquid-type by the usage method. The former 1 liquid type is an adhesive which attaches a commercially available adhesive to an adherend as it is and which it can carry out heating, pressing and leaving it etc., and can be made to adhere.

On the other hand, a two-liquid-type attaches this mixture to an adherend, after mixing a main ingredient, a hardener or a hardener, and a hardening accelerator at the time of usage.

Carry out heating, pressing and leaving it etc. and it is the adhesive which can be made to adhere.

An epoxy group adhesive is usually a two-liquid-type.

This two-liquid-type requires a time and effort from working, and is inefficient.

But, since there are also many points which are excellent in the adhesion strength of a curing substance, the heat characteristic, the electrical property, etc., in the electric

部品や自動車、航空機分野において広く利用されている。しかしながら、前記2液型接着剤においては、可使時間、すなわち塗布するために調製した接着剤が使用できる状態を維持する時間が短く、作業効率が悪いという欠点がある。例えば可使時間が2時間の接着剤については、1日8時間の作業時間中に4回も主剤と硬化剤とを混合する作業が必要である。そこで、可使時間を延長させるエポキシ樹脂用硬化剤として、エポキシ基と反応性を有する化合物をサイクロデキストリンで包接したものが提案されている(特公昭63-26766号公報)。しかしながら、このサイクロデキストリンは単分子系ホストであり、その空洞部に該エポキシ基と反応性を有する化合物がとり込まれて包接化合物となるが、ゲスト化合物を放出しにくく、放出条件が苛酷となったり、アミラーゼなどのサイクロデキストリン分解酵素を必要とするなどの問題がある。さらに、エポキシ樹脂は半導体チップや各種電灯用ソケット等の電気絶縁材、粉体塗料用主剤等としても使用されているが、このような適用分野では、吸湿性のある硬化剤は使用することが困難であった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような事情のも

component, the motor vehicle, and the aircraft field, it utilizes widely.

However, in an above-mentioned two-liquid-type adhesive, the pot life, i.e., time which maintains the state where the adhesive prepared in order to apply a coating can be used, is short, and there is a fault that the operation efficiency is bad.

For example, for the adhesive which pot life is about 2 hours. Operation which mixes a main ingredient and a hardener no less than 4 times is necessary for throughout at the time of 1 day operation of 8 hours.

Then, that which set as the hardener for epoxy resins which makes extend it and deals in the pot life, and carried out the inclusion of an epoxy group and the compound which has a reactivity, by cyclodextrin is proposed (Japanese Patent Publication No. 63-26766 gazette).

However, this cyclodextrin is a single molecule group host.

This epoxy group and the compound which has a reactivity are taken by the cavernous part, and it becomes an inclusion compound.

However, it is hard to carry out the release of the guest compound, and release conditions become cruel.

Moreover, there are problems, such as needing cyclodextrin degradation enzymes, such as amylase.

Furthermore, the epoxy resin is used also as electric insulating materials, such as a semiconductor chip and the socket for various electric lights, and main ingredient etc. for powder coatings.

However, in such an application field, the existing water-absorbent hardener was difficult to use it.

[0003]

[PROBLEM ADDRESSED]

This invention, Such under a situation, when mixing to an epoxy resin, the pot life is extended sharply. Moreover a hardener and the

とで、エポキシ樹脂に混合した場合、可使時間が大幅に延長され、また硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤の吸湿性の他、昇華性、分解性をも改善できるなど、作業効率を向上させることができるエポキシ系接着剤に用いられるエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤を提供することを目的となされたものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、エポキシ樹脂に混合した場合、可使時間を大幅に延長させうるエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤や耐湿性硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤を開発すべく鋭意研究を重ねた結果、通常のエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤を多分子系ホスト化合物で包接したものは、エポキシ樹脂に混合した場合、可使時間を大幅に延長させうる上、硬化時間も短縮され、耐湿性が大幅に向上し、サイクロデキストリンで包接したものに比べてゲスト放出性に優れ、前記目的に適合しうることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、エポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる化合物を多分子系ホスト化合物で包接して成るエポキシ樹脂用硬化剤並びに、エポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる化合物の硬化速度を

hardening accelerator for epoxy resins are water-absorbent, and also that a sublimation and a degradable are also improvable etc. etc. can improve the operation efficiency. It makes as an objective providing the hardener for the epoxy resins and the hardening accelerator for the epoxy resins which are used for an above epoxy group adhesive.

[0004]

[SOLUTION OF THE INVENTION]

The present inventors accumulated research earnestly that the hardener for the epoxy resins, the hardening accelerator for epoxy resins and a damp-proof hardener and the hardening accelerator for the epoxy resins which make extend it sharply and deal in the pot life should be developed, when mixing to an epoxy resin.

As a result, hardening time is also shortened, when mixing to an epoxy resin and it makes extend sharply and deals in the pot life, and moisture resistance of that, which carried out the inclusion of the usual hardener for epoxy resins and the hardening accelerator for epoxy resins with the polymolecule group host compound, improves sharply.

Compared with that which carried out the inclusion, it excelled in cyclodextrin at guest release property, it found out that the above-mentioned objective might be fitted, and it came to complete this invention based on these findings.

That is, this invention, the hardener for epoxy resins which carries out the inclusion of the compound which it reacts with an epoxy group and hardens an epoxy resin, and forms it with a polymolecule group host compound And, the hardening accelerator for epoxy resins which carries out the inclusion of the compound which advances the cure rate of the compound which it reacts with an epoxy group and hardens an

進める化合物を多分子系ホスト化合物で包接して成るエポキシ樹脂用硬化促進剤を提供するものである。

[0005]

以下、本発明を詳細に説明する。本発明において用いられるエポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる化合物及びエポキシ樹脂用硬化促進剤については特に制限はなく、従来エポキシ樹脂の硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤として慣用されているものの中から任意のものを選択して用いることができるが、これらの中で有機化合物が好適である。

[0006]

このような硬化剤としては、例えば脂肪族ポリアミン系、脂環式や複素環式ポリアミン系、ポリアミド系、芳香族ポリアミン系、変性ポリアミン系、その他アミン系、酸無水物系及びその他硬化剤などが用いられる。脂肪族ポリアミン系硬化剤としては、例えばジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ジプロピレンジアミン、ジメチルアミノプロピルアミン、ジエチルアミノプロピルアミン、ジブチルアミノプロピルアミン、トリメチルヘキサメチレンジアミンなどが挙げられ、脂環式や複素環式ポリアミン系硬化剤としては、例えばメンタレンジアミン、イソホロンジアミン、3,9-ビス(3-アミノプロピル)-2,4,8,10-テトラオキスピ

epoxy resin, and forms it with a polymolecule group host compound Above is provided.

[0005]

Hereafter, this invention is explained in detail.

There is in particular no limitation about the compound which is used in this invention and which it reacts with an epoxy group and hardens an epoxy resin, and the hardening accelerator for epoxy resins. Arbitrary things can be selected and used from what is commonly used as the hardener and the hardening accelerator for the epoxy resins of an epoxy resin conventionally.

However, the organic compound is suitable in these.

[0006]

As such a hardener For example, an aliphatic polyamine group, an alicyclic and a heterocyclic polyamine group, a polyamide group, an aromatic polyamine group, a modified polyamine group in addition an amine group, an acid anhydride group And, other hardeners Above etc. are used.

As an aliphatic polyamine group hardener, a diethylenetriamine, a triethylenetetramine, a tetraethylenepentamine, dipropylene diamine, a dimethylamino propyl amine, a diethylamino propyl amine, a dibutyl aminopropyl amine, trimethyl hexamethylenediamine, etc. are mentioned, for example.

As an alicyclic or a heterocyclic polyamine group hardener, menthane diamine, isophorone diamine, 3, 9-bis (3- aminopropyl)-2,4,8,10-tetra oxy spiro (5, 5) undecane adduct, N-amino ethyl piperazine, bis (4-amino- 3-methyl cyclohexyl methane), bis (4-amino cyclohexyl) methane, etc. are mentioned, for example.

ロ(5,5)ウンデカンアダクト、
N-アミノエチルピペラジン、
ビス(4-アミノ-3-メチル
シクロヘキシルメタン)、ビス
(4-アミノシクロヘキシル)
メタンなどが挙げられる。

【0007】

ポリアミド系硬化剤としては、
例えばダイマー酸とポリアミン
との縮合により得られるポリア
ミドなどが、芳香族ポリアミン
系硬化剤としては、例えばm-
フェニレンジアミン、ジアミノ
ジフェニルメタン、ジアミノジ
フェニルスルホン、m-キシレ
ンジアミンなどが、変性ポリア
ミン系硬化剤としては、例えば
エポキシ化合物付加ポリアミ
ン、マイケル付加ポリアミン、
マンニッヒ付加ポリアミン、チ
オ尿素付加ポリアミン、ケトン
封鎖ポリアミンなどが挙げられ
る。さらに、アミン系硬化剤と
してはジシアンジアミド、三フ
ッ化ホウ素-ピペリジン錯体、
三フッ化ホウ素-モノエチルア
ミン錯体などが挙げられる。

【0008】

酸無水物系硬化剤としては、例
えば無水フタル酸、テトラヒド
ロ無水フタル酸、ヘキサヒドロ
無水フタル酸、メチルテトラヒ
ドロ無水フタル酸、メチルヘキ
サヒドロ無水フタル酸、エンド
メチレンテトラヒドロ無水フタ
ル酸、メチルエンドメチレンテ
トラヒドロ無水フタル酸、無水
マレイン酸、テトラメチレン無
水マレイン酸、無水トリメリッ
ト酸、無水クロレンド酸、無水

【0007】

As a polyamide group hardener, it is the
polyamide of a dimer acid and a polyamine
which is condensed and is obtained more, for
example. As an aromatic polyamine group
hardener, they are m-phenylene diamine, a
diamino diphenylmethane, a diaminodiphenyl
sulfone, m-xylene diamine, etc., for example. As
a modified polyamine group hardener, an epoxy
compound addition polyamine, a Michael
addition polyamine, a Mannich addition
polyamine, a thiourea addition polyamine, a
ketone blockade polyamine, etc. are mentioned,
for example.

Furthermore, as an amine group hardener, a
dicyandiamide, a boron trifluoride-piperidine
complex, a boron trifluoride-monoethyl amine
complex, etc. are mentioned.

【0008】

As an acid anhydride group hardener For
example, phthalic anhydride, tetrahydro phthalic
anhydride, hexahydro phthalic anhydride,
methyl tetra hydro phthalic anhydride, methyl
hexahydro phthalic anhydride, endomethylene
tetrahydro phthalic anhydride, methyl
endomethylene tetrahydro phthalic anhydride,
Maleic anhydride, tetramethylene maleic
anhydride, anhydrous trimellitic acid, an
anhydrous chlorendic acid, a pyromellitic acid
anhydride, dodecenyl succinic anhydride,
anhydrous benzophenone tetracarboxylic acid,
ethylene glycol bis (anhydro trimellitate), a
glycerol tris (anhydro trimellitate), a methyl

ピロメリット酸、ドデセニル無水コハク酸、無水ベンゾフェノンテトラカルボン酸、エチレングリコールビス(アンヒドロトリメリテート)、グリセロールトリ(アンヒドロトリメリテート)、メチルシクロヘキセンテトラカルボン酸無水物、ポリアゼライン酸無水物などが挙げられる。また、その他硬化剤としては、例えばチオ尿素誘導体、ポリイソシアネート、オクチル酸第一スズ、フェノールノボラック樹脂、ポリメルカプタン、ポリサルファイドなどが挙げられる。一方、硬化促進剤としては、1,8-ジアザビシクロ(4,5,0)ウンデセン-7などが挙げられる。なお、2-メチルアミノメチルフェノール、2,4,6-トリ(ジメチルアミノメチルフェノール)や2-メチルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾールなどのイミダゾール系化合物などは硬化剤としても、硬化促進剤としても使用される。

[0009]

本発明において、これらの硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤を包接するのに用いられる多分子系ホスト化合物については、多分子が層状構造を成す際、形成される空間にゲスト化合物を取り込むものであればよく、特に制限はない。このような多分子系ホスト化合物としては、例えば1,1,6,6-テトラフェニル-2,4-ヘキサジイン-1,6-ジオール、1,6-ビス(2-クロロフェニル)-1,6-

cyclohexene tetracarboxylic acid anhydride, the poly azelaine acid anhydride, etc. are mentioned.

Moreover, besides this as a hardener, a thiourèa derivative, polyisocyanate, octylic acid first tin, a phenol novolak resin, the poly mercaptan, the poly sulphide, etc. are mentioned, for example.

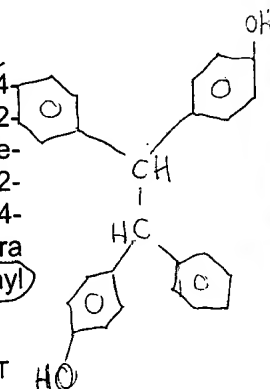
On the other hand, as a hardening accelerator, 1, 8-diazabicyclo (4, 5, 0) undecene-7, etc. are mentioned.

In addition, imidazole group compounds, such as 2- methyl amino methyl phenol, 2,4,6-tris (dimethylamino methyl phenol), and 2-methyl imidazole, a 2- ethyl- 4-methyl imidazole, etc., etc. are used also as a hardening accelerator also as a hardener.

[0009]

In this invention About the polymolecule group host compound used for carrying out the inclusion of these hardeners and the hardening accelerator for epoxy resins What is sufficient is just to receive a guest compound to the space formed, in case a polymolecule constitutes layer structure. There is in particular no limitation.

As such a polymolecule group host compound For example, 1,1,6,6-tetra phenyl- 2, 4 hexadiyne-1,6- diol, the 1,6- bis (2-chlorophenyl)-1, 6- diphenyl hexa - 2, 4-diyne-1,6- diol, 1,1- bis (2, 4-dimethylphenyl)-2-professional pin- 1-ol, 2, 5- bis (2, 4-dimethylphenyl) hydroquinone, 1,1,4,4-tetra phenyl- 2- butyne- 1,4- diol, 1,1,2,2-tetraphenyl



-ジフェニルヘキサ-2,4-ジイン-1,6-ジオール、1,1-ビス(2,4-ジメチルフェニル)-2-プロピン-1-オール、2,5-ビス(2,4-ジメチルフェニル)ヒドロキノン、1,1,4,4-テトラフェニル-2-ブチン-1,4-ジオール、1,1,2,2-テトラフェニルエタン-1,2-ジオール、1,1-ビス-2-ナフトール、9,10-ジフェニル-9,10-ジヒドロアントラセン-9,10-ジオール、1,1,6,6-テトラキス(2,4-ジメチルフェニル)-2,4-ヘキサジイン-1,6-ジオール、9,10-ビス(4-メチルフェニル)-9,10-ジヒドロアントラセン-9,10-ジオール、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、N,N,N',N'-テトラキス(シクロヘキシル)-(1,1'-ビフェニル)-2,2'-カルボキシアミド、1,4-ジアザビシクロ-(2,2,2)-オクタン、4,4'-スルホニルビスフェノール、4,4'-ブチリデンビス(3-メチル-6-t-ブチルフェノール)、2,2'-メチレンビス(4-メチル-6-t-ブチルフェノール)、4,4'-チオビス(3-メチル-6-t-ブチルフェノール)、2,2'-メチレンビス(4-クロロフェノール)、t-ブチルヒドロキノン、2,5-ジ-t-ブチルヒドロキノン、顆粒状コーンスターチ(ポーラスY-20)、 $\alpha, \alpha, \alpha', \alpha'$ -テトラフェニル-1,1'-ビフェニル-2,2'-ジメタノール、2,4,6-トリクロロ

ethane-1,2-diol, a 1,1-bis-2-naphthol, 9,10-diphenyl-9,10-dihydro anthracene-9,10-diol, 1,1,6,6-tetrakis(2,4-dimethylphenyl)-2, a 4-hexadiyne-1,6-diol, 9,10-bis(4-methylphenyl)-9,10-dihydro anthracene-9,10-diol, 1,1-bis(4-hydroxyphenyl) cyclohexane, N,N,N',N'-tetrakis(cyclohexyl)-(1,1'-biphenyl)-2, 2'-carboxamide, 1,4-diaza bicyclo-(2,2,2)-octane, 4,4'-sulphonyl bisphenol, 4,4'-butylidene bis(3-methyl-6-t-butylphenol), 2,2'-methylene bis(4-methyl-6-t-butylphenol), 4,4'-thio bis(3-methyl-6-t-butylphenol), 2,2'-methylene bis(4-chlorophenol), t-butyl hydroquinone, 2,5-di-t-butyl hydroquinone, granule-like cornstarch (porous Y-20), $\alpha, \alpha, \alpha', \alpha'$ -tetra phenyl-1,1'-biphenyl-2,2'-dimethanol, 2,4,6-trichlorophenol, a p-t-octyl phenol, o-nitrophenol, bisphenol A, 2,4 dinitrophenol, p-nitrophenol, 5,5-dimethylhydantoin, p-t-butylphenol, p-chlorophenol, N-phenyl maleimide, 9,9'-bianthracene, a phenol, picric acid, 2,6-dinitrophenol Above etc. are mentioned.

However, a phenol group is suitable in these.

These polymolecule group host compounds may respectively be used independently, and may combine and use 2 or more kinds.

エノール、p-tert-オクチルフェノール、o-ニトロフェノール、ビスフェノールA、2,4-ジニトロフェノール、p-ニトロフェノール、5,5-ジメチルヒダントイン、p-tert-ブチルフェノール、p-クロロフェノール、N-フェニルマレイミド、9,9'-ビアントラセン、フェノール、ピクリン酸、2,6-ジニトロフェノールなどが挙げられるが、これらの中でフェノール系のものが好適である。これらの多分子系ホスト化合物はそれぞれ単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

[0010]

本発明のゲスト化合物であるエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤が液体の場合には、例えば(1)前記の多分子系ホスト化合物と該ゲスト化合物とを、1:0.1~1モル、好ましくは等モルの割合で混合し、5~10分間程度攪拌する方法、あるいは(2)該ゲスト化合物をメタノールやジクロロメタンなどの有機溶媒に溶かし、これに多分子系ホスト化合物を、ゲスト化合物に対し1:0.1~1モル、好ましくは等モルになるように加え、5~10分間程度攪拌混合し、放置したのち結晶をろ取するか、又はホスト化合物が溶媒に溶ける場合は、溶媒を留去させて結晶を析出させ、ろ取する方法などにより調製することができる。一方、ゲスト化合物が固体の場合には、前記(2)の方法により調

[0010]

When the hardener for the epoxy resins and the hardening accelerator for the epoxy resins which are the guest compound of this invention are a liquid For example, (1) It is an above-mentioned polymolecule group host compound and this above-mentioned guest compound a 1:0.1-1 mol.

The method which is preferably mixed at an equimolar ratio and is stirred by about 5-10, or (2) Dissolve this guest compound to organic solvents, such as methanol and a dichloromethane.

It is a polymolecule group host compound a 1:0.1-1 mol to a guest compound at this.

In addition, stirring mixing is carried out for about 5-10 minutes so that it may preferably become an equivalent mol.

After leaving it, when a crystal is filtrated or a host compound dissolves in solvent, solvent is made to distil off and a crystal is made to precipitate.

It can prepare by the method to filtrate.

On the other hand, when a guest compound is solid, it can prepare by the method of above-mentioned (2).

製することができる。

【0011】

本発明のエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤が適用できる未硬化エポキシ樹脂としては公知のもの、例えばビスフェノールA-エピクロロヒドリン樹脂、多官能性エポキシ樹脂、脂環式エポキシ樹脂、臭素化エポキシ樹脂、エポキシノボラック樹脂など、1分子中に少なくとも1個のエポキシ基を有するものを挙げることができる。本発明のエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤を、前記の未硬化エポキシ樹脂に配合した場合、可使用時間は、該硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤中のゲスト化合物のみを配合した場合に比べて著しく長くなる。1例を挙げるとゲスト化合物のみを配合した場合の可使用時間が10分間であったのに対し、該ゲスト化合物を包接した本発明のエポキシ樹脂用硬化剤を配合した場合の可使用時間は約4.4日であった（実施例2）。本発明のエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤はゲスト化合物の放出が容易であり、この硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤を配合した未硬化エポキシ樹脂は、単に適当な温度に加熱するのみで硬化し、迅速に所望の硬化物を与える。本発明のエポキシ樹脂用硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤は、エポキシ樹脂を硬化される用途、例えば、エポキシ樹脂系接着剤、半導体封止材、プリント配線板用積層板、

【0011】

As the non-hardened epoxy resin which can apply the hardener for the epoxy resins and the hardening accelerator for the epoxy resins of this invention A well-known thing, for example, bisphenol A-epichlorohydrin resin, a polyfunctional property epoxy resin, a cycloaliphatic epoxy resin, a bromination epoxy resin, an epoxy novolak resin, etc. can mention that which has the epoxy group of the at least one in one molecule.

When the hardener for the epoxy resins and the hardening accelerator for the epoxy resins of this invention are blended with an above-mentioned non-hardened epoxy resin, the pot life becomes long remarkably compared with the case where only the guest compound in this hardener and the hardening accelerator for epoxy resins is blended.

When 1 example was given, the pot life at the time of blending only a guest compound was for 10 minutes. The pot life at the time of blending the hardener for epoxy resins of this invention which carried out the inclusion of this guest compound, to above was about 4.4 days (Example 2).

The release of a guest compound is easy for the hardener for the epoxy resins and the hardening accelerator for the epoxy resins of this invention.

The non-hardened epoxy resin which blended this hardener and the hardening accelerator for epoxy resins is hardened only by heating to temperature only suitable.

A desired curing substance is imparted quickly.

The hardener for the epoxy resins and the hardening accelerator for the epoxy resins of this invention can use an epoxy resin suitable for usages, such as the usage hardened, for example, epoxy resin-based adhesive, a semiconductor sealing material, the laminated sheet for printed wiring boards, a varnish, a powder coatings, a liquid coating material, casting material, and ink.

ワニス、粉体塗料、液体塗料、
注型材料、インク等の用途に好
適に使用することができる。

【0012】

[0012]

【実施例】

次に実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。

実施例 1

第1表に示す種類の硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤（ゲスト化合物）及び多分子系ホスト化合物を用いて、包接化合物を製造した。硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤が液体の場合は、硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤とホスト化合物とを等モルの割合で混合し、10分間室温で攪拌することにより、包接化合物を製造した。また、硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤が固体の場合は、メタノール又はジクロロメタンに硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤を溶解し、これにホスト化合物を該硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤に対して等モルの割合で加え、10分間攪拌したのち、1日間放置後、包接化合物の結晶をろ取した。なお、ホスト化合物が溶媒に溶ける場合は、溶媒を適当に留去させて包接化合物の結晶を析出させ、ろ取した。この結果を第1表に示す。なお表において○印は包接化合物が得られたものであり、また、略号は次を意味する。

【Example】

Next an Example explains this invention further in detail.

However, this invention is not limited by these examples at all.

Example 1

The hardener, the hardening accelerator for the epoxy resins (guest compound) and the polymolecule group host compound of the type shown in a Table 1 are used.

The inclusion compound was manufactured. When a hardener and the hardening accelerator for epoxy resins are liquids, a hardener and the hardening accelerator for epoxy resins, and a host compound are mixed at an equimolar ratio.

The inclusion compound was manufactured by stirring at the room temperature during 10 minutes.

Moreover, when a hardener and the hardening accelerator for epoxy resins are solid, a hardener and the hardening accelerator for epoxy resins are dissolved in methanol or dichloro methane.

The host compound was added to this at an equimolar ratio to this hardener and the hardening accelerator for epoxy resins. After stirring for 10 minutes, the crystal of an inclusion compound was filtrated after 1 day leaving.

In addition, when a host compound dissolved in solvent, the solvent was made to distil off suitably and the crystal of an inclusion compound was made precipitate and filtrated.

This result is shown in a Table 1.

In addition as for the O//Good mark, an inclusion compound is obtained in a table.

Moreover, a symbol means the next.

【0013】

硬化剤及び硬化促進剤

EDA: エチレンジアミン

DETA: ジエチレントリアミン

TETA: トリエチレンテトラミン

IPDA: イソホロンジアミン

m-XDA: m-キシレンジアミン

DDM: ジアミノジフェニルメタン

PMDA: 無水ピロメリット酸

DMP-30: 2,4,6-トリス
(ジメチルアミノメチル) フェノール

DMP-10: o-ジメチルアミノメチルフェノール

2MZ: 2-メチルイミダゾール

2E4MZ: 2-エチル-4-メチルイミダゾール

DBU: 1,8-ジアザビシクロ
(4,5,0) ウンデセン-7

【0013】

A hardener and a hardening accelerator

EDA: Ethylenediamine

DETA: Diethylenetriamine

TETA: Triethylenetetramine

IPDA: Isophorone diamine

m-XDA: m-xylene diamine

DDM: Diamino diphenylmethane

PMDA: Pyromellitic acid anhydride

DMP-30: 2,4,6-tris (dimethylamino methyl) phenolDMP-10: o-dimethylamino methyl phenol 2MZ: 2-methyl imidazole2E4MZ: 2-ethyl- 4-methyl imidazole DBU: 1, 8-diazabicyclo (4, 5, 0) undecene- 7

【0014】

ホスト化合物

(1) 1,1-ビス (4-ヒドロキシフェニル) シクロヘキサン

(2) 4,4'-スルホニルビスフェノール

(3) 4,4'-ブチリデンビス (3-メチル-6-t-ブチルフェノール)

(4) 2,2'-メチレンビス (4-メチル-6-t-ブチルフェノール)

(5) 4,4'-チオビス (3-メチル-6-t-ブチルフェノール)

(6) 2,2'-メチレンビス (4-クロロフェノール)

【0014】

Host compound(1) 1,1- bis (4-hydroxyphenyl) cyclohexane(2) 4,4'- sulphonyl bisphenol (3) 4,4'- butylidene bis (3- methyl- 6-t-butylphenol)(4) 2, 2'- methylene bis (4-methyl- 6-t-butylphenol)(5) 4,4'- thio bis (3- methyl- 6-t-butylphenol) (6) 2, 2'- methylene bis (4-chlorophenol) (7) t-butyl hydroquinone(8) 2, 5- di- t-butyl hydroquinone (9) N,N,N',N'-tetrakis (cyclohexyl)-(1,1'-biphenyl)-2, 2'- carboxamide(10), α, α', α' -tetra phenyl- 1,1'-biphenyl- 2, 2'- dimethanol (11) 2,4,6-trichlorophenol (12) p-t-octyl phenol

(13) o-nitrophenol

(14) Bisphenol A

(15) 2, 4 dinitrophenol

- | | |
|---|----------------------------|
| (7) t-ブチルヒドロキノン | (16) p-nitrophenol |
| (8) 2,5-ジ-t-ブチルヒドロキノン | (17) 5,5-dimethylhydantoin |
| (9) N,N,N',N'-テトラキス(シクロヘキシル)-(1,1'-ビフェニル)-2,2'-カルボキシアミド | (18) p-t-butylphenol |
| (10) $\alpha, \alpha, \alpha', \alpha'$ -テトラフェニル-1,1'-ビフェニル-2,2'-ジメタノール | (19) p-chlorophenol |
| (11) 2,4,6-トリクロロフェノール | (20) N-phenyl maleimide |
| (12) p-t-オクチルフェノール | (21) 9,9'-bianthracene |
| (13) o-ニトロフェノール | (22) Phenol |
| (14) ビスフェノールA | (23) Picric acid |
| (15) 2,4-ジニトロフェノール | (24) 2,6-dinitrophenol |
| (16) p-ニトロフェノール | |
| (17) 5,5-ジメチルヒダントイン | |
| (18) p-t-ブチルフェノール | |
| (19) p-クロロフェノール | |
| (20) N-フェニルマレイミド | |
| (21) 9,9'-ビアントラセン | |
| (22) フェノール | |
| (23) ピクリン酸 | |
| (24) 2,6-ジニトロフェノール | |

【0015】

[0015]

【表1】

[Table 1]

第1表-1

ホスト化合物	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)	(12)
ゲスト化合物												
EDA	○	○	○	-	○	○	-	○	-	-	-	-
DETA	○	-	○	-	○	-	-	-	-	-	-	-
TETA	○	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
IPDA	○	○	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-XDA	○	○	-	-	○	-	-	-	-	-	-	-
DDM	○	○	-	-	○	○	○	○	-	-	-	-
PMDA	○	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
DMP-30	-	○	-	-	-	-	-	○	-	-	-	-
DMP-10	○	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2M2	○	-	-	○	-	-	-	-	○	○	○	○
2E4MZ	○	-	-	○	○	-	-	-	-	-	-	-
DBU	-	○	○	○	○	-	-	-	-	-	○	○

【0016】

[0016]

【表2】

[Table 2]

第1表-2

ホスト化合物	(13)	(14)	(15)	(16)	(17)	(18)	(19)	(20)	(21)	(22)	(23)	(24)
ゲスト化合物												
EDA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
DETA	○	-	-	○	○	-	-	-	-	-	-	-
TETA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
IPDA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-XDA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
DDM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
PMDA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
DMP-30	-	-	-	-	-	-	-	-	○	-	-	-
DMP-10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2MZ	-	○	○	○	-	-	-	○	-	○	○	○
2E4MZ	-	-	○	-	-	○	-	-	-	○	-	-
DBU	-	-	○	-	-	-	-	-	-	-	-	-

【0017】

実施例 2

未硬化エポキシ樹脂（エピコート 828、油化シェルエポキシ製、商品名）95重量部に2,4,6-トリス（ジメチルアミノメチル）フェノール（DMP-30）5重量部を配合した接着

[0017]

Example 2

To 95 weight-parts (Epicoat 828, oil formation shell epoxy manufacturing, brand name) of non-hardened epoxy resins, 5 weight-parts (DMP-30) of 2,4,6-tris (dimethylamino methyl) phenols Pot life of adhesive (A) which blended above, And to 95 weight-parts (Epicoat 828) of non-hardened epoxy resins, 14.41 weight-parts (grain size of 500 μm or less) of the inclusion

剤 (A) の可使時間と、未硬化エポキシ樹脂 (エピコート 828) 95 重量部に DMP-30 の包接化合物 (粒径 $500\mu\text{m}$ 以下) 14.41 重量部 [DMP-30 5 重量部、ホスト化合物 4,4'-スルホニルビスフェノール 9.41 重量部] を配合した接着剤 (B) の可使時間の相異を、それぞれの接着剤の経時による粘度変化を測定することにより求めた。接着剤の経時による粘度変化を図 1 に示す。粘度測定は JIS K-6833-1980 に準じ、B8U 型回転粘度計 (東京計器製、ローター番号 No.5) を用い、前記 2 種の接着剤それぞれ 100 ml をねじ口びん 5V-100 (日電理硝子製) に入れて室温で行った。また、可使時間を粘度が初期粘度の 2 倍になるまでの時間とした場合、DMP-30 を配合した接着剤の可使時間は 10 分であり、DMP-30 の包接化合物を配合した接着剤の可使時間は 4.4 日であった。

【0018】

実施例 3

未硬化エポキシ樹脂 (エピコート 828) 100 重量部に、2-エチル-4-メチルイミダゾール (2E4MZ) 5 重量部配合した接着剤 (C) の可使時間と、未硬化エポキシ樹脂 (エピコート 828) 100 重量部に 2E4MZ の包接化合物 (粒径 $500\mu\text{m}$ 以下) 22.3 重量部 [2E4MZ 5 重量部、ホスト化合物 2,2'-メチレンビス (4-メチル-6-tert-ブチル

compounds of DMP-30 [DMP-30 5 weight-part, 9.41 weight-parts of host compound 4,4'-sulphonyl bisphenols] Pot life of adhesive (B) which blended above. It calculated for these differences by measuring each viscosity change of an adhesive depend time-dependent.

A viscosity change of an adhesive depend time-dependent is shown in Figure 1.

A viscosimetry applies to JIS K-6833-1980 correspondingly. A B8U type rotational viscometer (Tokyo Keiki Co., Ltd. manufacturing, rotor number No.5) is used. Above mentioning 2 kinds of adhesives of 100 ml of each were put into screw mouth bottle 5V-100 (Made in Nichiden Rika Grass), and it carried out at the room temperature.

Moreover, when the pot life is made into a time until viscosity becomes the double of an initial viscosity, the pot life of the adhesive which blended DMP-30 is 10 minutes.

The pot life of the adhesive which blended the inclusion compound of DMP-30 was 4.4 days.

[0018]

Example 3

To 100 weight-parts (Epicoat 828) of non-hardened epoxy resins, the adhesive blended 5 weight-parts (2E4MZ) of 2-ethyl-4-methylimidazoles (C) Above mentioned pot life, And to 100 weight-parts (Epicoat 828) of non-hardened epoxy resins 22.3 weight-parts (grain size of $500\mu\text{m}$ or less) of the inclusion compounds of 2E4MZ [5 weight-parts of 2E4MZs, the host compound 2, 17.3 weight-parts (4-methyl-6-tert-butylphenol) of 2'-methylene bis] Pot life of the adhesive (D) which blended above. These differences are made to be the same as that of Example 2.

It calculated by measuring a viscosity change

フェノール) 17.3重量部] を of each adhesive depends time-dependent.
 配合した接着剤 (D) の可使時間 The result is shown in table 2 and Figure 2.
 の相異を実施例 2 と同様にして、それぞれの接着剤の経時による粘度変化を測定することにより求めた。その結果を第 2 表及び図 2 に示す。

【0019】

[0019]

【表 3】

[Table 3]

第 2 表

時間 [hr]	2 E 4 M Z 配合		2 E 4 M Z 包接化合物配合	
	接着剤の粘度 (c p)	接着剤の温度 (°C)	接着剤の粘度 (c p)	接着剤の温度 (°C)
0	6.720	29.0	15.800	28.2
0.25	—	—	16.200	27.7
0.5	8.260	27.0	17.700	27.5
1	9.020	28.0	18.200	28.0
2	10.750	28.0	19.200	27.0
3	13.100	27.7	20.800	27.0
4	13.600	28.5	21.200	27.0
5	16.700	28.1	22.500	26.5
6	21.300	27.4	26.000	26.0
8	37.000	26.0	34.400	26.0
10	72.800	25.0	35.600	25.0
22	—	—	65.600	25.0
24	—	—	66.200	25.0

【0020】

エポキシ系接着剤の場合、可使時間とは一般的には粘度が初期粘度の2倍になるまでの時間といわれており、この基準に従って可使時間を求めると、2E4MZを配合した接着剤の可使時間は4時間であり、2E4MZの包接化合物を配合した可使時間は7.4時間となる。これにより、包接化合物を配合することにより、可使時間が1.9倍延長できることが分かった。

【0021】

実施例4

実施例2で使用した、未硬化エポキシ樹脂(エピコート828)95重量部に2,4,6-トリス(ジメチルアミノメチル)フェノール(DMP-30)5重量部を配合した接着剤とエピコート82895重量部にDMP-30の包接化合物(粒径500 μ m以下)14.4重量部[DMP-305重量部、ホスト化合物4,4'-スルホニルビスフェノール9.41重量部]を配合した接着剤を生布に塗布し、これをJIS H-4000アルミ板にはり合わせ、130℃1時間熱硬化させた後、手はく離で評価した。その結果、両方とも生布が破壊した。これにより、包接化合物が添加されても接着強度に悪影響はないことが確認された。

【0022】

実施例5

未硬化エポキシ樹脂(エピコー

【0020】

In the case of the epoxy group adhesive, with the pot life, the time until viscosity generally becomes the double of an initial viscosity is called.

When calculating for the pot life according to this reference standard, the pot life of the adhesive which blended 2E4MZ is 4 hours.

The pot life which blended the inclusion compound of 2E4MZ turns into 7.4 hours.

Thereby, by blending an inclusion compound showed that the pot life could extend 1.9 increment.

【0021】

Example 4

The adhesive which blended 5 weight-parts (DMP-30) of 2,4,6-tris (dimethylamino methyl) phenols to 95 weight-parts of the non-hardened epoxy resins (Epicoat 828) used in Example 2. The adhesive which blended 14.4 weight-parts (grain size of 500 μ m or less) [DMP-30 5 weight-part and 9.41 weight-parts of host compound 4,4'-sulphonyl bisphenols] of the inclusion compounds of DMP-30 with Epicoat 828 95 weight-part is applied a coating on a raw cloth.

This was stuck on the JIS H-4000 aluminium board. Manual exfoliation evaluated, after carrying out C1 duration thermosetting 130 degrees.

As a result, the raw cloth destroyed both.

Thereby, even when the inclusion compound was added, it was confirmed by the adhesion strength that there is no bad influence.

【0022】

Example 5

Pot life of the adhesive which blended 5

ト 8 2 8) 1 0 0 重量部に対し、
 o-ジメチルアミノメチルフェ
 ノール (DMP-10) 5 重量
 部を配合した接着剤の可使時間
 と、未硬化エポキシ樹脂 (エピ
 コート 8 2 8) 1 0 0 重量部に
 DMP-10 の包接化合物 1
 3.9 重量部 [DMP-10 5
 重量部、ホスト化合物 1,1-ビス
 (4-ヒドロキシフェニル)
 シクロヘキサン 8.9 重量部] を
 配合した接着剤の可使時間を実
 施例 2 と同様にして測定するこ
 とにより求めた。可使時間を粘
 度が初期粘度の 2 倍になるまで
 の時間とした場合、DMP-1
 0 を配合した接着剤の可使時間
 は 2.3 時間であり、DMP-1
 0 包接化合物を配合した接着剤
 の可使時間は 4.1 時間であつ
 た。

【0023】

実施例 6

未硬化エポキシ樹脂 (エピコ
 ト 8 2 8) 1 0 0 重量部に対し、
 2-メチルイミダゾール (2M
 Z) 2 重量部を配合した接着剤
 の可使時間と、未硬化エポキシ
 樹脂 (エピコート 8 2 8) 1 0
 0 重量部に各種 2MZ 包接化
 合物 [2MZ が 2 重量部になるよ
 うに配合] を配合した接着剤の
 可使時間を 25℃において実施
 例 2 と同様にして測定すること
 により求めた。可使時間を粘度
 が初期粘度の 2 倍になるまでの
 時間とした場合、2MZ を配合
 した接着剤の可使時間は 6.2
 時間であり、各種 2MZ 包接化
 合物を配合した接着剤の可使時
 間は、第 3 表に示す結果となつ

weight-parts (DMP-10) of o-dimethylamino
 methyl phenols to 100 weight-parts (Epicoat
 828) of non-hardened epoxy resins, To 100
 weight-parts (Epicoat 828) of non-hardened
 epoxy resins, pot life of the adhesive which
 blended 13.9 weight-parts [DMP-105 weight-
 part and 8.9 weight-parts of host compound 1,1-
 bis (4-hydroxyphenyl) cyclohexanes] of the
 inclusion compounds of DMP-10 It calculated
 by measuring above like Example 2.

When the pot life is made into a time until
 viscosity becomes the double of an initial
 viscosity, the pot life of the adhesive which
 blended DMP-10 is 2.3 hours.

The pot life of the adhesive which blended
 DMP-10 inclusion compound was 4.1 hours.

[0023]

Example 6

To 100 weight-parts (Epicoat 828) of non-
 hardened epoxy resins Pot life of the adhesive
 which blended 2 weight-parts of 2- methyl
 imidazoles (2MZ), Pot life of the adhesive which
 blended so that various 2MZ inclusion
 compound [2MZs might become 2 weight-parts
 to 100 weight-parts (Epicoat 828) of non-
 hardened epoxy resins It calculated by
 measuring above like Example 2 in 25 degree
 C.

When the pot life is made into a time until
 viscosity becomes the double of an initial
 viscosity, the pot life of the adhesive which
 blended 2MZ is 6.2 hours.

The pot life of the adhesive which blended the
 various 2MZ inclusion compound became the
 result shown in the 3rd table.

た。

【0024】

[0024]

【表4】

[Table 4]

第3表

包接化合物中のホスト	接着剤 配合比 [主剤(エピコート828) /2MZ/ホスト]	可使時間(25℃)
(9)	100/2/12.7	16.0hr
(10)	100/2/20.7	3.1日
(14)	100/2/5.6	11.1hr
(15)	100/2/4.5	2.1日
(23)	100/2/6.2	3ヶ月以上
ホストなし	100/2/0	6.2hr

【0025】

実施例7

2-エチル-4-メチルイミダゾール(2E4MZ)ならびに2E4MZ包接化合物[2E4MZ:22.4%;ホスト化合物(4)・・・2,2'-メチレンビス(4-メチル-6-tert-ブチルフェノール):77.6%]、2-メチルイミダゾール(2MZ)、2MZ包接化合物(1)[2MZ:23.4%;ホスト化合物(1)・・・1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン:76.6%]、2MZ包接化合物(2)[2MZ:28.4%;ホスト化合物(2)・・・2,2'-メチレンビス(4-メチル-6-tert-ブチルフェノール):77.6%]

[0025]

Example 7

2-ethyl-4-methyl imidazole (2E4MZ), 2E4MZ inclusion compound [2E4MZ:22.4%; host compound (4) ***2, 2'-methylene bis (4-methyl-6-tert-butylphenol):77.6%], 2-methyl imidazole (2MZ), 2MZ inclusion compound (1) [2MZ:23.4%; host compound (1) ***1, 1-bis (4-hydroxyphenyl) cyclohexane:76.6%], 2MZ inclusion compound (2) [2MZ:28.5%; Host compound (12) ***p-t-octyl phenol:71.5%] 2MZ inclusion compound (3) [2MZ:26.4%; host compound (14) *** bisphenol A:73.6%]

6 types of samples of above are extended on 2g each Petri dish. The Petri dish is put into a thermo-hygrostat [Made in Toyo Engineering Works, Ltd. Atempter-MODEL-AG type].

The ageing of the increase and decrease of a

5%; ホスト化合物(12)・・・
 p-tert-オクチルフェノール:
 71.5%], 2MZ包接化合物
 (3) [2MZ: 26.4%; ホスト
 化合物(14)・・・ビスフェノ
 ールA: 73.6%] の6種類の
 サンプルを各2gシャーレに広
 げ、そのシャーレを恒温恒湿器
 [東洋製作所(株)製アテンプタ
 ーMODEL-AG型] に入れ
 て、30℃、90%RHにおけ
 る重量の増減の経時変化を測定
 した。結果を図3に示す。2E
 4MZは、重量が増加し、吸湿
 性があると考えられるのに対
 し、2E4MZ包接化合物では
 それがみられなくなった。また
 2MZは重量が減少し、昇華や
 分解性があると考えられるの
 に対し、2MZ包接化合物ではそ
 れがみられなくなった。

weight in 30 degree C and 90% RH was measured.

A result is shown in Figure 3.

A weight increases 2E4MZ.

It stopped seen it in a 2E4MZ inclusion compound to it being considered that it is hygroscopic.

Moreover a weight reduces 2MZs.

It stopped seen it in 2MZ inclusion compound to it being considered that there are a sublimation and a degradable.

[0026]

[0026]

[発明の効果]

本発明のエポキシ樹脂用硬化剤は、通常エポキシ樹脂に用いられる硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤を多分子系ホスト化合物で包接したものであって、エポキシ樹脂に配合した場合、可使時間が大幅に延長され、また硬化剤及びエポキシ樹脂用硬化促進剤の吸湿性、昇華性、分解性などを改善することができるなど、作業効率を向上させることができ、しかもサイクロデキストリンで包接したものに比べてゲスト放出性に優れており、エポキシ系接着剤に好適に用いられる。

[EFFECT OF THE INVENTION]

The hardener for epoxy resins of this invention carries out the inclusion of the hardener and the hardening accelerator for the epoxy resins which are used for a usual epoxy resin, with a polymolecule group host compound.

When blending with an epoxy resin, the pot life is extended sharply. Moreover that water-absorbent, the sublimation, the degradable, etc. of a hardener and the hardening accelerator for epoxy resins are improvable etc. etc. can improve the operation efficiency. And compared with that which carried out the inclusion, it excels in cyclodextrin at guest release property.

It is used suitable for an epoxy group adhesive.

【図面の簡単な説明】

[BRIEF EXPLANATION OF DRAWINGS]

【図 1】

図 1 は、実施例 2 における硬化剤を配合したエポキシ樹脂接着剤の経時による粘度変化を示すグラフである。

[FIGURE 1]

Figure 1 is a graph which shows a viscosity change depend time-dependent of the epoxy resin adhesive which blended the hardener in Example 2.

【図 2】

図 2 は、実施例 3 におけるエポキシ樹脂接着剤の経時による粘度変化を示すグラフである。

[FIGURE 2]

Figure 2 is a graph which shows a viscosity change of the epoxy resin adhesive in Example 3 depend time-dependent.

【図 3】

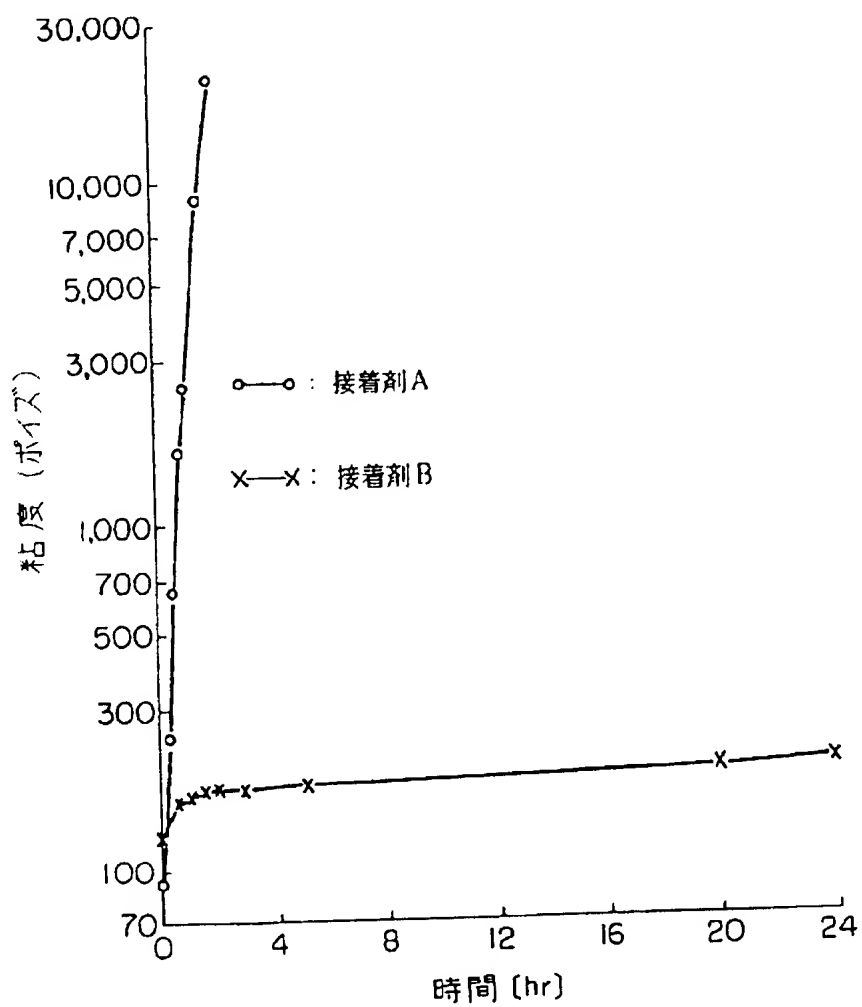
図 3 は、実施例 7 における化合物の経時による吸湿率を示すグラフである。

[FIGURE 3]

Figure 3 is a graph which shows the moisture absorption depend time-dependent of the compound in Example 7.

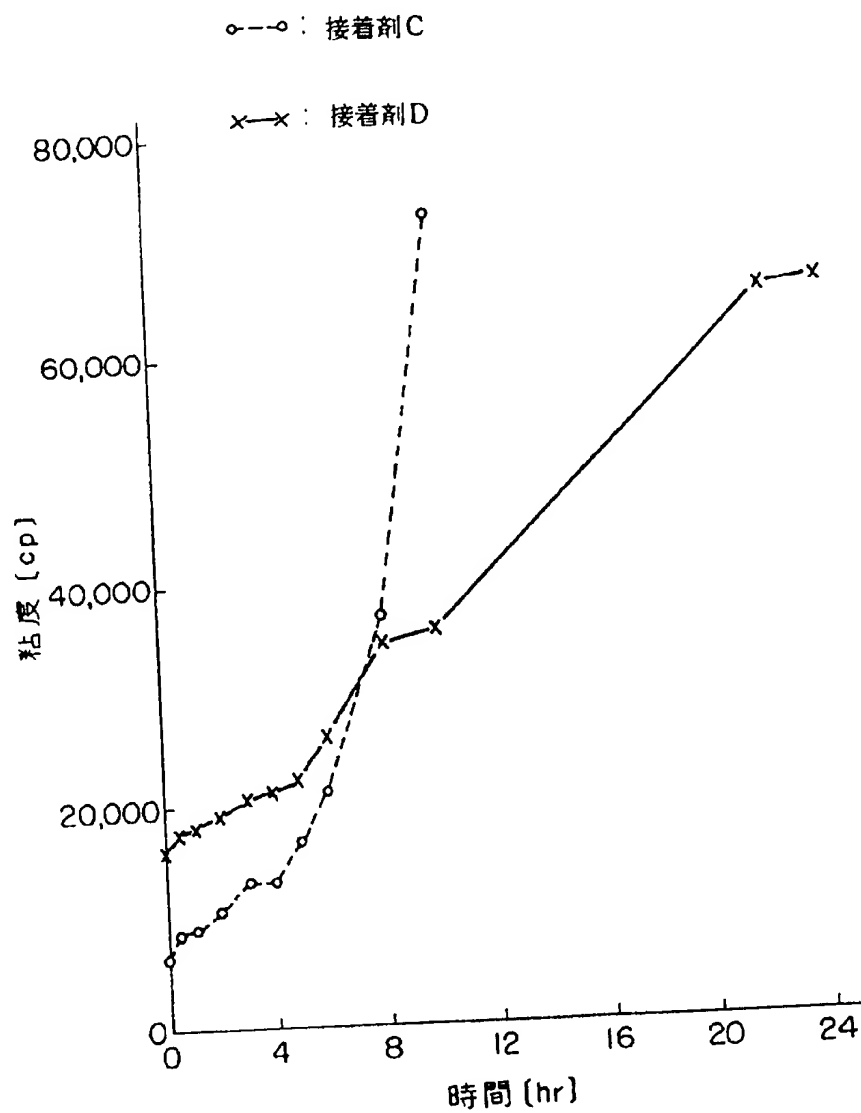
【図 1】

[FIGURE 1]



【図 2】

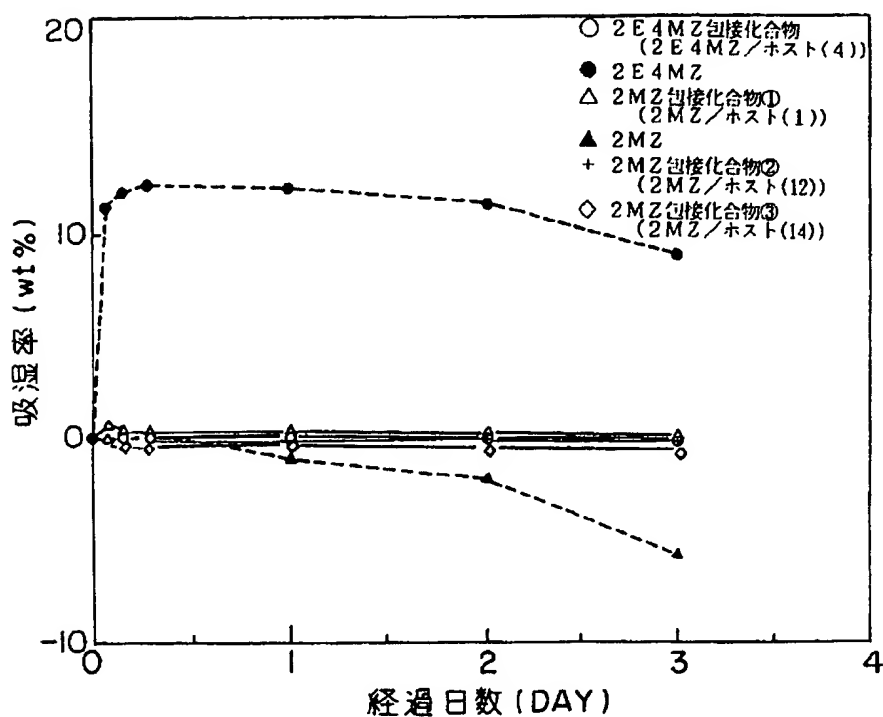
[FIGURE 2]



【図 3】

[FIGURE 3]

吸湿性測定結果 (30°C, 90%RH)



DERWENT TERMS AND CONDITIONS

Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)
["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)